

## LC-MS による茶葉中のカスガマイシン、バリダマイシンの分析

## Analysis of Kasugamycin and Validamycin in Tea Leaf by LC-MS

カスガマイシン及びバリダマイシンは、稲や野菜の紋枯病や立枯病に効果があり、広く農薬として使用されているアミノグリコシド系抗生物質です。いずれも高極性物質であり、HPLC で測定する場合、C18 カラムによる逆相モードでは、保持が困難な物質です。バリダマイシンに関して、厚生労働省から個別試験法が通知されていますが、その通知法では、トリアコンチル基(C30)を導入したシリカゲル充填剤が使用されています。

今回、HILIC モードを用いて、茶葉中のカスガマイシンとバリダマイシンの分析を行った例を紹介します。この分析条件における定量限界は、カスガマイシン、バリダマイシンで、それぞれ、0.5 µg/L、0.6 µg/L でした。また、10ng/g の濃度に標準物質を添加した茶葉を測定した結果、85～93%の回収率が得られました。

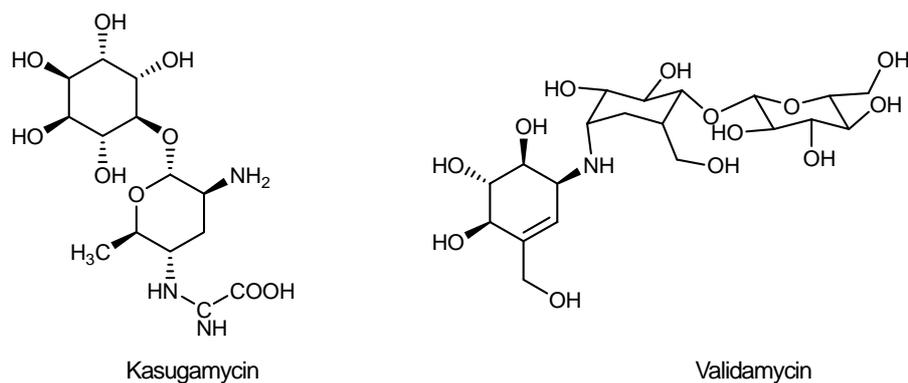


図1 構造式

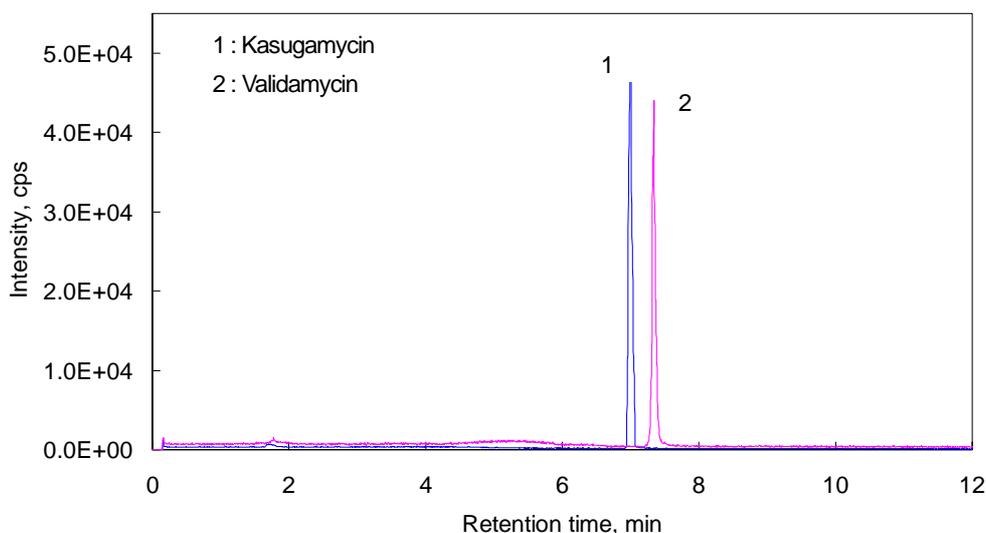


図2 カスガマイシン、バリダマイシン(50 µg/L)のクロマトグラム

表1 分析条件

Column:	TSKgel NH2-100 3 $\mu$ m (2.0mmI.D. x 15cm)
Eluent:	A; 10mmol/L ammonium formate (pH3.75) B; acetonitrile
Gradient:	0min(B 90%) 10min(B 20%) 12min(B 20%) 14min(B 90%)
Flow rate:	0.2mL/min
Column temp.:	40
Injection vol.:	2 $\mu$ L
Instrument:	Agilent 1200SL series QTRAP (MDS SCIEX)
Ion source:	ESI (Positive) <i>m/z</i> : 380.0 (Kasugamycin), 498.0 (Validamycin)



図3 茶葉試料の前処理

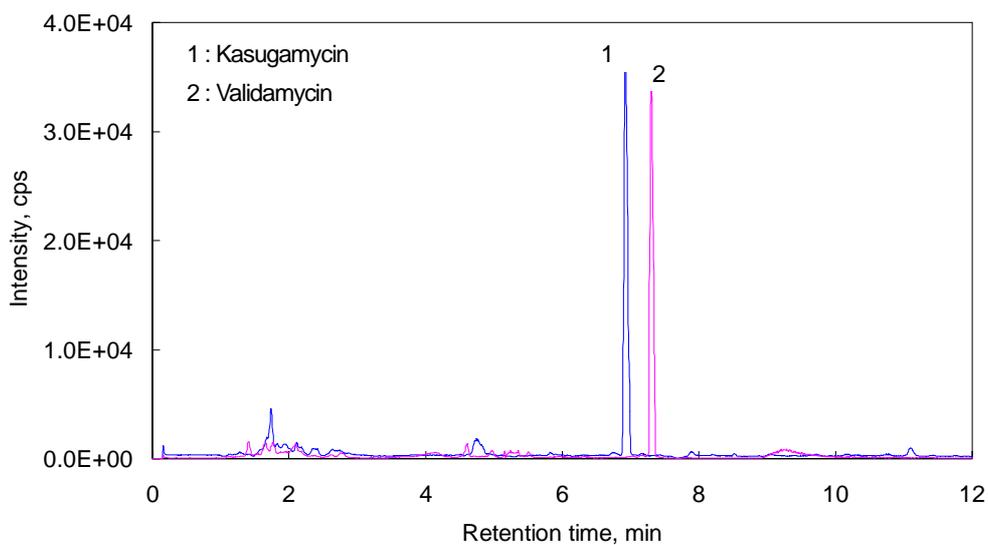


図4 茶葉(各 10ng/g 添加)抽出液のクロマトグラム